This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

Japanese Patent Laid-open Publication No. Sho 52-13565

Laid-open Publication Date: February 1, 1977

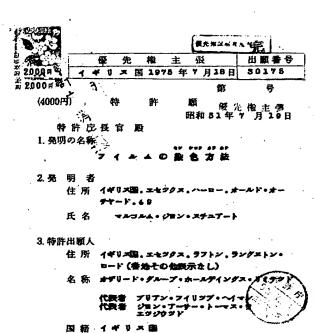
Applicant: OZALID GROUP HOLDINGS LTD. (GB)

Inventor(s): Marcolum John Stuart

[What is claimed is:]

- 1. A method for dyeing a film, wherein a disperse dye is sublimated and is heated to the temperature sufficient for being diffused over a surface of the film, while the film made of polyester, polycarbonate, polyamide, polyacrylonitrile, or triacetyl cellulose is in contact with the sublimate disperse dye having a sublimate temperature of 150 to 220 $^{\circ}$ C.
- 2. A method according to claim 1, wherein a mixture of a water dispersant of a disperse dye and a polymer thickener is coated over the entire surface of a film, prior to heating.
- 3. A method according to claim 1, wherein ink made a mixture of a water dispersant of a disperse dye and a polymer thickener is applied to a partial zone of a film, prior to heating.
- 4. A method according to claim 3, wherein a fingerprint is permanently recoded by soaking a fingertip in ink and bringing the soaked fingertip into contact with a film.
- 5. A method according to claim 1, wherein a uniform layer or a printed drawing of ink, made of a mixture of a water dispersant of a disperse dye and a polymer thickener, is applied to a carrier sheet, and the carrier sheet is attached to a film so that the ink is contact with the film, and then is heated to sublimate a dye and diffuse it in the film.

- 6. A method according to claim 1, wherein a binder and a two-component type diazo-type coating comprising a coupling agent and a diazonium compound capable of producing, through a reaction, an azo compound having molecular weight of 250 to 400 and a sublimate temperature of 150 to 220 °C are applied to a film; the coating is irradiated with light so that a latent image is formed and the azo compound is produced on a non-exposure area by development; and the coating is heated to sublimate the azo compound and to diffuse it in the film.
- 7. A method according to claim 1, wherein a binder and a two-component type diazo-type coating comprising a coupling agent and a diazonium compound capable of producing, through a reaction, an azo compound having molecular weight of 250 to 400 and a sublimate temperature of 150 to 220 °C are applied to a carrier sheet; the coating is irradiated with light so that a latent image is formed and the azo compound is produced on a non-exposure area by development; and the carrier sheet is attached to a film so that the azo compound is contacted with the film and is heated to sublimate the azo compound and to diffuse it in the film.



住 所 〒105 東京都港区西新橋1丁目2番9号 三井物産館内金丸特許事務所内電話(591)0261

> 内 忠 51 085200

/A 外 3 名

~

1. 発明の名称

フィルムの染色方法

4.代 理 人

(6145) 氏名 朝

4.特許請求の範囲

ハ ポリエステル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリアクリロニトリルまたはトリアセチルセルロースのフィルムを、ノミロー220°Cの昇華温度を有する昇華性分散染料と接触させながら上記分散染料を昇華させかつ前記フィルムの表面に拡散させるのに十分な温度に加熱することを特徴とするフィルムの染色方法。

ス フィルムの金面に、加熱する的に、分散染料の水性分散物と重合体状増粘剤との混合物を被 表する特許請求の範囲無く項記載の方法。

3 フィルムの一部の帯域に、加熱を行う前に、 分散染料の水性分散物と重合体状増粘剤の混合物 からなるインキを削す等許請求の範囲部/項記載 の方法。

※ 桁先をインキで展開させついて根拠させた 桁先をフィルムに接触させるととにより、指紋を 19 日本国特許庁

公開特許公報

①特開昭 5.2-13565

④公開日 昭52 (1977) 21

②特願昭 5/-85200

②出顧日 昭升 (1976) 7 19

審査請求 未請求

(全7頁)

庁内整理番号 68\$9 47 7/99 47 6609 46 7/99 47

13日本分類 これがと 116 F3 これがところ 48 BZ (1) Int.Cl².

D06P //6

805D 5/00

B05D 7/04

B4/M 3//Z

永久的に記録する特許請求の範囲被』項記載の方 伝。

よ 担体シートに分散染料の水性分散物と貫合体状 増粘剤との混合物からなるインキの均一な勝または印刷図形を増し、前配担体シートを、インキがフィルムに接触するようにフィルムに圧着させついて加熱して染料を昇華させかつフィルム中に拡散させる特許群次の範囲銀り項配数の方法。

4 フイルムに、館合割と、ユタの~ギののの分子量と1 タの~ 2 20°Cの昇華温度を有するアソ化合物を皮応により生成し得るジアソニウム化合物とカップリング剤とを含有する二成分型ジアソタイプ被覆剤を施し、被覆剤に、搭像が形成されるように光を限射しついて顕色を行つて非常光帯域にアゾ化合物を生成させ、ついて加熱してアソ化合物を生成させ、ついて加熱してアソ化合物を引きなかつフィルム中に拡散させる特許研究の範囲終り項記載の方法。

7 担体シートに、結合剤と、2 5 0 ~ 4 0 0 の分子量と / 5 0 ~ 2 2 0°Cの昇華温度を有する アソ化合物を反応により生成し得る ジアソニウム

特朗 四52--- 1356512

化合物とカップリング刺とを含有する二成分型ジャックイブ被覆剤を施し、被覆剤に、樹 が形成されるように光を照射しついで顕色を行つて非露光帯域にアゾ化合物を生成させ、担体レートを、アゾ化合物がフィルムと接触するようにフィルムに圧着させついで加熱してアゾ化合物を昇率させかつフィルム中に拡散させる各許請求の範囲第1種記象の方法。

4 被覆割として一成分型ジナゾタイプ被覆羽を使用しそして被談を露光した後にカップリング 割を施すことによりアゾ化合物を生成させる特許 請求の範囲第4項または魚7項に記載の方法。 1発明の詳細を記明

本発明はポリエステルフイルムおよびその他の 重合体フィルムの染色方法に関する。

例えば着色フィルターを製造するために、ポリ エステルシよびその他の重合体のフィルムを染色 することがしばしば望まれるが、染料含有被膜を 上記重合体フィルムに施すことは、この被膜が上 記重合体フィルムから摩擦により容易に剝離する する方法を提供するととにある。 上記の目的を達成するために、本物明化かいて は重合体状繊維から製造された布の染色に使用さ れておりそして分散染料として知られている種類

の染料が使用される。

という題由で異足すべき方法ではない。

本発明の目的は、重合体フィルム自体が敬損さ

れない限り染色後、染色被膜が除去されるととの

ないように重合体フィルムの表面に染料を浸透させることを包含する方法により、ポリエステルシ

よび後配するごとを他の重合体のフィルムを染色

分散染料は水に不熔性でありそしてその製造工 程から安定をコロイド状分散物として入手される。 かかる分散物を合成繊維、例えば酢酸セルロース 繊維に熟した場合には、繊維に可溶性のこの染料 は繊維中に拡散して全体が着色された繊維が得ら れる。

布の染色に従来から使用されている分散染料は、 つぎの3種類、すなわち、アゾ系染料をよびアン トラキノン系染料に大別され。その大部分がアミ

ノ基および世換アミノ基を含有しているが可溶化 基であるスルホン酸は含有していない。他の分散 染料は、ニトロアリールアミン。キノナフタレン、 アゾメチンおよびステルベン誘導体である。

本発明は、特定の種類の分散染料、すなわち、
/ * 0 ~ 2 2 0 ° C の温度で昇華するものだけを使用するものでありかつ本発明は分散染料の昇華による該染料の重合体フィルムへの移行と該フィルム中への設通を利用するものである。

世つて本発明によれば、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリフミド、ポリフクリロニトリルまたはトリアセチルセルロースのフイルムを、130~320の昇華温度を有する昇華性分散染料を昇華させかの教配フィルムの表面に拡散させるフィルムの染色方法が提供される。分散染料の昇華温度は180~2200であることが行ましい。

適当な分散染料の例を示せばつぎの通りである:

C . I . B . A社推奨製品:ディスパーズ イエロー・3%

レッド 60ブルー 19**

· レット //#

1.C.1. 社推奨製品 : • イエロー //9

• 1xp- J*

· 1IU- 39

オレンジ /:オレンジ 25

• VYF 158

• レンド 60

· 144V21 /x

· 7~- 35

v プルー 26(1)

・ ブルー /ギ本

つぎの構造式は上配表中の*甲を付された分散 染料の 造式である: <u>デイパーズ ブルー19</u>(C.I.61110)

デイスパーズ レッド//(C.I.620/s)

デイスペーズ イエローまくじ。 1.1/3/5)

ディスペーズ オレンジ/(C.I.//080)

ディスパーズ バイオレット/(C.I.6//00)

デイスパーズ ブルー26(1)(C.I.6330s)

デイスペーズ ブルー14(C.T.61300)

均一に染色されたポリエステルフィルムもるいはその他の重合体フィルムを製造するための方法として、通常、二つの方法を行い得る。その一方法を行いるは、染料されている方法を印刷しついで通常加圧を行かずに、加熱機能により抑配インキ中の染料を重ないの方は、変換しついて加熱により変換しついて加熱により変換をでいる。 いは印刷により変換しついて加熱により染料をインキ腫から重合体フィルム中に移行させる。 いは中層から重合体フィルム中に移行させる。 いて幾個インキは洗浄して輸去する。

上記載 / の方法で使用される担体 ジートは滑らかでかつ良好な印刷連性により最良の結果が得ら

れる程度に薄いものものでなければならない。片面に 7 0 98m の重量の艶出剤を施された原白クラフト紙は印刷を行うための良好な基体である。

インキはクラピヤ、平版、フレキソまたはスタリーン印刷により施し得る。

紙製シートにスクリーン印刷により着すのに適当なインキ組成物はつぎのごとき組成を有する:
ディスパーズ イエロー 1008

チローゼ(Tylose)Misoの; セルロース系重合体状増粘剤。 水中に4の重量を含有

インキは上記の二成分を一緒に撹拌することに より闘製し得る。インキの粘度は、重合体状増粘 剤の配合量を増減させるととにより変動させ得る。 との方伝により着々の異つた被覆また社印刷方法 により運用するのに選するインタを勘製し得る。 ついでインキを施されたシートを乾燥しついてポ リエステル フイルム上に、シートの複数を頼さ れたすなわら均一に印刷された表面をフィルムと 袋魚させて重ね合せ、ついてとのシートを10~ 2009/20加圧下、30~40秒間、200 ~210°Cに加熱された無板(platen) を有す る数板プレスに適送する。ポリエステル フイル ムは、紙上に存在させた染料の量に応じた濃度で 均一に黄色に染色される。上配と同様の方法を、 トリアセチル セルロース。ナイロンもまたはナ イロン66のフィルムに染料を移行させるのに使

用し る。

209

分散築料を染色されるべきフィルムに直接施す場合には、散離な分散染料の水性分散物、セルロース物質であるととが好ましいが必ずしもとの物質である必要はない重合体状結合剤および場合により湿剤剤からなるインキを使用することが好ましい。任意、慣用の被覆方法を使用し得る。インキ被映の乾燥は、染料の昇華温度より十分低い温度の加熱望気により行い得る。染色されたフィルムは参取り、使用するまで貯蔵しておく。

長いフィルムを被覆しそして増取り、後で染料をフィルム中に浸透させるために加工することができる。別法として、被覆運気中で加熱することにより上記の加工を行い得る。インキの被覆と発色を連続的に行うこともでき。過剰のインキるいは被覆は、ウェブを水に通送するかるるいは水を噴霧することにより洗浄除去する。

別法として、染料を浸透させるための加工を、フィルムを、連続的なウェブの状態であるいはシートの状態である。の〜ュュのCに加熱された適当なプレス中で加熱することにより行い得る。加熱ロールまたは加熱板を加圧し得る。プレスから出たときに、被費用組成物を適当な溶剤、有利なものとしては水、を用いてフィルムの表面から洗浄除去して着色フィルムを得る。

 された何とロールまたは加熱板の間に中間層を設けることが有利である。この中間層は染料に対して穀和力を示さない耐熱性材料。例えばシリコーン処理したあるいは艶出処理した紙あるいはアルミニウムのごとを金属箔のごとをものでなければならない。

染料のフィルム中への拡散を行わせるための方法のいずれにおいても、フィルムを加熱する起度 は染料を昇離させるのに十分な温度でなければた らないが、フィルムの破損を防止するために、加 熱温度は440℃を越えるべきでない。

上町の説明においては、フィルムまたは紙あるいは他の転写シート上にインキの均一を被膜を形成させることについて説明したが、インキは、任意慣用の方法によりそして任意所譲の図形、例えは、図面の図形の見本の通りに、フィルムまたは転写シート上に印刷し得ることは理解され得るであろう。

ポリエステルフイルムまたは他の重合体フィルム上に、分散染料の施動性分散物を用いて文字を

期 昭52-13565(6)

を形成させ得る。

水/グリコール混合物中の染料の分散物が好ま しい。ナフタレンスルホン酸/ホルムアルデヒド「 縮台物、リグニンスルホン康塩のごとき分散剤を、 単独にあるいは非イオンまたはアニオン征商剤と ともに使用し砂む。

アルコール、芳香族または脂肪族炭化水素ある いはこれらの混合物のごとき適当な帮剤中の分散 物も使用し得る。

インキは、通常、5~50重量60分散染料を 含有しているであろう。かかるインキは、「メリ ネックス * (* Melinex *) の登録 酷像名で入手 されるポリエチレンテレフタレートフイルムある いはトリアセチルセルロース、ナイロン6または ナイロン66フィルム上に文字を書くのに使用し 得る。

とのインキは、万年筆、カラスロ、製図用ペン または慣用のペンで使用し得る。その他に、型 (stencils) も使用し得る。

使用すべきである。

との目的に対して適当な無色インキは、分數架 料の水性分散物を、水を用いて所盤の粘度に輻釈 ナることにより斟穀されている:

フォロンプラック (Foron Black)

E-PWN被(箇形分 50%)

10 倉倉部 (Sandoz 社製)

素 裔 水

とのインキを、光学的に透明なメリネックスフ イルム上に工学的設計図 (engeneering plan) を描くのに使用した。いくつかの任意事項もペン を用いてとのフィルム上に合いた。乾辣した手ざ わりになつた後、散計凶を200℃で30秒加熱 1カ。冷却後、過剰の染料をアセトンで拭き取つ た。かく得られた黒色画像は任意慣用の方法では 梢すととができず、そして投影的の破写に使用す るととができた。

指紋の試料は、多くの場合、迅速にかつ正確に 採取することが必要でありそして保存し得る程度 化安定なかつ容易に復元可能な形で保存される。

者くことにより、不消性 鲚(indelible trace) フイルムには逸常の方法で文字を くかあるい **は顔図を描くことができる。インキを乾燥させた** 後、握つた雑布または布で消しついて き返すと とにより、毎正するととができる。ついで完成し た図形あるいは印刷体を/ s 0 ~ 2 2 0℃で、好 ましくは10~60秒加熱する。 ついてフィルム を冷却しついて水差材インキの場合には水を使用 してまた梧削差材インキの場合には適当な控剤を 使用して、過剰の染料を洗浄あるいは拭いて除去 する。かくして顕像がフィルム中に固定され、裕 剤あるいはイレーザーにより梢えるととがなくな りあるいはどのような方法によつてもフィルムの 表面から引掛により除去するととができないもの と 호 경 .

> 上記方法は、指数、署名、書類の保存し得る程 度に安定な試料の作成および 獣上投影(over nead projection) 用の工作品(art work), あるいはこれを使用して行りフォトコピーまたは 光化学的画像形成用の工作品の製造に使用し得る。 後写用工作品については光学的に不透明を染料を

分散染料を無難條体(marking medium) として 使用しそして光学的に透明をポリエステルフィル ムを基体として使用することにより、印刷後の、 柴料のフイルム中への拡散によつて、引援を化耐 え得るかつ前えない印刷画像が形成され、との画 像は検査の目的で投影し拡大するととができる。 指敵の採取を行うにあたつては、その対象者が指 先を、染料を含有するパッドの上に軽く押しつけ ついで指先をフィルム片上に押しつける。ついて / 8 0 ~ 2 2 0°C で / 0 ~ / 2 0 秒加熱するとと により、染料をフイルム中で静敵させる。前配し たどとき分散染料の水性分散物、好ましくは吸収 難パッドに吸収させたものが上記目的に使用する のに適当である。クリセリンまたはジェチレング リコールのどとき保護剤を含有させてパッドが乾 繰するのを防止するととができる。別法として、 ホワイトスピリットのどとき高沸点虧剤中の染料 の分散物も使用し得る。

本発明の特に有利な具体例においては、昇靴に よりフィルム表面に移行させる分散染料として、

本発明の方法の上配の変法においては、ジアゾニゥム化合物とカツブリング削は、形成されたア ソ染料が1 4 0 ~ 2 2 0 °C、舒ましくは1 8 0 ~ 2 2 0 °C の値段で昇華するようにするために、極 性の低いかつ2 5 0 ~ 4 0 0 の分子量を有するア ソ染料を形成するようなものであることが必要で 適当なジアゾニウム化合物を示せばつぎの通り である: 4 - (N:N-ジメチルアミノ) - ペンゼンジ

* - (N : N - ジメチルアミノ) - ペンセンジ アゾニウムクロライド(g 塩化亜鉛塩) 、

ダー (NーヒドロキシエチルーNーエチルフミ ノ) ーペンセンジアゾニウムタロライド (産船 塩) ,

ψ ー (N : N - ジェチルアミノ) ベンゼンジア ゾニウムクロライド (亜鉛塩)、

ギー(N:Nージエチルアミノ)ーユーエトやシーベンゼンジアゾニウムクロライド(亜鉛塩)、
 ギー(NーペンジルーNーエチルアミノ)ーペンゼンジアゾニウムクロライド(鯣塩)。

* … モルホリノー2: s ー ジメトキシペンセン ジアゾニウムクロライド (亜鉛塩) 、

ギーモルホリソース: sージーnープトキシベンゼンジアゾニウムクロライド(亜鉛塩)。

上記ジアソニウム化合物の無!番目のものと徐々のカンブリンク剤との組合せについて評価を行った。

ノ)ペンゼ	N - ジメテルアミ ンジアゾニウムク ノノス無鉛塩)	ベータナフトール
a.	•	⊋ , 7 − ジヒドロキ シナフタレン
3:		/ , 5 a a
4 .	•	2,3 " "
5 .	*	ゲーヒドロキシビス フエノール
4.		アセトアセトアニラ イド
7.		アセトアセチルベン ジルアミド
· 8. 色 相	и	レゾルシノール

/ 明るい探証色

ュ 褐 色

ある。

- 3. 農帯紫赤色
- 4. 農パイオレットブルー
- ナ レモンイエロー
- ム オレンジイエロー
- 2. ゴールデンイエロー
- 8. セピブ

4とよを組合せると無色が得られる。.

前記したジアゾニウム化合物とカッフリンク剤の他の組合せはいずれる、十分に低い分子量と極性を有するアゾ染料を与えるという準由で満足し待るものである。

所譲ならば、フィルムまたは転写シートに施される被優別にジアゾニウム化合物だけを含有させ そしてカップリング剤を使用して後処理すること により発色させることもできる。

ジアゾタイプ法によりフィルムを染色する特定 の一例において、つぎの重量組成を有する被<mark>を</mark>刻 格被を調製した:

工業用メタノール変性アルコール / よ部

特朗 昭52-13565 (7)

美 100 / 5 部 酒石 🏗 1 " 4 - (N:N-ジメチルアミノ) - ペンゼン ジアゾニウムクロライド(1/2亜鉛塩) 3 . セルローズアセテートプロビオネート、メチ ルエチルケトンートルエン混合物中の 20原數多階徵 30 0

との軽蔑を光学的に透明な。 メリネックス・ポ リエステルフィルムに被機し乾燥させた。

との被覆物を、オザリッド(Ozelid) 一段式 アンモニア発色ジアゾタイプ複写樹に約まつイー ト/分の速度で通送することにより、微状ポジ (line positive)を経て光を照射した。発色さ せるとブループラックの画像が得られた。フィル ムを加熱炉中において100℃で30秒加熱する かあるいは加熱ロールに通送しついて被膜をナセ トンで洗浄した。独印駒体の暗鉄色動像がフィル ム中に染着された。との画像は整剤で処理しても 除去されずそしてジアソタイプ複写を行りのに使 用するととができた。

セルロースアセテートプロピオネートを、部分

的に加水分解されたポリ酢酸ビニルのどとき水器 性結合剤で置き換えそして熱転写操作数に被膜を 水で洗浄することができる。製図のマスターコピ ーをとの方法で製造し得る。とのマスターコピー は、実質的に耐引振性であるという点で独特のも のである。熱転写操作中にフィルムがいくらか収 縮することがある:この収縮が好ましくない場合 には、予め収縮させたあるいは耐収解性のフィル ムを使用するととが好すしい。

上配と同様の方法をナイロンも、ナイロンもも およびトリアセチルセルロースに行い得る。

本祭明の他の実施例においてはつぎの重量組成 を有する被機剤密敵を慣用のスーパーカレンダー 化掛けたダイライン紙(dyeline paper)に被覆 した。

水	8	9.9	哥
チ - (N:N - ジメチルアミノ) - ペンゼン ジアゾニウムクロライド(/ / 4 塩化亜鉛塩)		2.0	
レゾルシノール	•	3.0	*
敷 		3.0	W

酒石 敞 2.0 部 0./ .

写時間は30秒、転写圧力は0.5ポンド/平方イ ンチであつた。加熱板と転写紙とを外すと、フィ ている陽面が形成されており、との陽面はカップ ていた。

被膜を乾燥させ、酸状ポジを軽て水盤蒸気 U.V. 光原から光を照射した。画像を観色させついて紅 を光学的に透明な、メリネックスタボリエステル シートに圧着しついで210℃に加熱した加熱板 を使用して紙の英側から上配温度に加熱した。転 ルムの表面に褐色を帚ぴた黄色の、左右が遊転し リングにより形成されたアン染料により染色され

an Maria Mr. a. M. Mr.		
(1) 明 細 書	1 通	
~(2) 図 菌	1 通	
(3) 委任状	1 通	
(4) 優先権証明書	1通 遅て油充	
(5) 顧 書 副 本	1 適	

6. 前記以外の発明者,代理人

(1) 発 明 者

5 添付書類の日盤

代 璟 人 **4**1 内 忠 夫 代理人 木 æ 夜. 對 雌 代理人

(2)代 理 人 住 所 東京都港区西新橋1丁目2番9号 三井物産館内 -金丸特許事務所內 氏 名 八木田 遊

> 闻 所 野 孝 雄 飼 所 H 哲